# Method for manufacturing stable aqueous hair dye emulsions

Publication number: EP0998897
Publication date: 2000-05-10

Inventor: GOLINSKI FRANK DR (DE); LORENZ HERIBERT (DE)

Applicant: GOLDWELL AG (DE)

Classification:

- international: A61K8/06; A61K8/04; (IPC1-7): A61K7/00; A61K7/13

- european: A61K7/13; A61K8/06

Application number: EP19990118522 19990918 Priority number(s): DE19981047224 19981014

Also published as:

図 US6528045 (B1) 図 DE19847224 (A1) 図 EP0998897 (B1) 図 AU753078 (B2)

Cited documents:

DE4103292
DE3834142
DE4219981
EP0227430

Report a data error here

Abstract not available for EP0998897

Abstract of corresponding document: US6528045

A stable, aqueous hair dyeing emulsion with good Theological properties is prepared, while simultaneously substantially reducing the manufacturing time and energy consumption, comprising at least one oxidation hair dyestuff precursor, by mixing a water-in-oil emulsion, comprising 10% to 50% by weight of at least one nonionic emulsifier, 10% to 50% by weight of at least one nonionic co-emulsifier selected from the group of C10-C22-fatty alcohols, C12-C18-fatty acid mono- and dialkanolamides and/or C10-C22-fatty acid esters with polyvalent alcohols, 5% to 40% by weight of oleic acid, and up to 25%, in particular 20% by weight of water, each calculated to the total w/o-emulsion composition, with an aqueous phase comprising at least one water-soluble surfactant. Mixing is carried out under shear force at 15 DEG to 30 DEG C., preferably at room temperature at about 20 DEG to 25 DEG.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide



Europäisches Patentamt

**European Patent Office** 

Office européen des brevets



(11) EP 0 998 897 A1

(12)

# **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag: 10.05.2000 Patentblatt 2000/19 (51) Int. Ci.7: **A61K 7/00**, A61K 7/13

(21) Anmeldenummer: 99118522.4

(22) Anmeldetag: 18.09.1999

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE Benannte Erstreckungsstaaten:

AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität: 14.10.1998 DE 19847224

(71) Anmelder: GOLDWELL AKTIENGESELLSCHAFT D-64297 Darmstadt (DE)

(72) Erfinder:

Golinski, Frank, Dr.
 64297 Darmstadt (DE)

Lorenz, Herlbert
 64401 Gross-Bieberau (DE)

## (54) Verfahren zur Herstellung von stabilen wässrigen Haarfärbeemulsionen

(57) Eine stabile wäßrige Haarfärbeemulsion, die mindestens ein Oxidations-Haarfarbstoffvorprodukt enthält, mit guten rheologischen Eigenschaften unter wesentlicher Reduzierung der Herstellungszeit und entsprechender Energieersparnis wird dadurch hergestellt, daß eine Wasser-in-Öl-Emulsion, enthaltend 10 bis 50 Gew.-% mindestens eines nichtionischen Emulgators, 10 bis 50 Gew.-% mindestens eines nichtionischen Co-Emulgators, ausgewählt aus der Gruppe C<sub>10</sub>-C<sub>22</sub>-Fettalkohole, C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>-Fettsäuremono- und -dialkanolamide und/oder C<sub>10</sub>-C<sub>22</sub>-Fettsäureestem mit mehrwertigen Alkoholen, 5 bis 40 Gew.-% Ölsäure und bis zu 25 Gew.-% Wasser, jeweils berechnet aufdie Gesamtzusammensetzung der W/0-Emulsion, mit einer wäßrigen Phase, die mindestens ein wasserlösliches Tensid enthält, unter Scherkraft, d.h. Rühren, bei 15 bis 30°C, vorzugsweise Raumtemperatur bei etwa 20 bis 25°C, vermischt wird.

EP 0 998 897 A

#### Beschreibung

- [0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein verbessertes Verfahren zur Herstellung von stabilen wäßrigen Haarfärbeemulsionen.
- [0002] Permanente Haarfärbemittel, die üblicherweise mindestens ein Oxidationsfarbstoff-Vorprodukt, nämlich ein Entwickler-Kuppler-System, enthalten, werden zumeist in Form wäßriger Emulsionen eingesetzt (vgl. K. Schrader, Grundlagen und Rezepturen der Kosmetika, 2. Aufl. (1989), S. 797 ff).
  - [0003] Deren Herstellung geschieht durch Heißemulgieren der Bestandteile und darauffolgendes Abkühlen, was naturgemäß eine längere Zeit in Anspruch nimmt und auch nicht immer zu stabilen Emulsionen führt.
- [0004] Es bestand daher ein Bedürfnis, den gegenwärtigen Herstellungsprozeß zu ändern und dabei zu optimieren
  - [0005] Es wurde nunmehr gefunden, daß eine stabile wäßrige Haarfärbeemulsion, die mindestens ein Oxidations-Haarfarbstoffvorprodukt enthält, mit guten rheologischen Eigenschaften unter wesentlicher Reduzierung der Herstellungszeit und entsprechender Energieersparnis dadurch hergestellt werden kann, daß eine Wasser-in-Öl-Emulsion,
- enthaltend 10 bis 50 Gew.-% mindestens eines nichtionischen Emulgators, 10 bis 50 Gew.-% mindestens eines nichtionischen Co-Emulgators, ausgewählt aus der Gruppe C<sub>10</sub>-C<sub>10</sub>-Fettalkohole, C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>-Fettsäuremono- und -dialkanolamide und/oder C<sub>10</sub>-C<sub>22</sub>-Fettsäureestern mit mehrwertigen Alkoholen, 5 bis 40 Gew.-% Ölsäure und bis zu 25,
  insbesondere 20 Gew.-% Wasser, jeweils berechnet auf die Gesamtzusammensetzung der W/0-Emulsion, mit einer
  wäßrigen Phase, die mindestens ein wasserlösliches Tensid enthält, unter Scherkraft, d.h. Rühren, bei 15 bis 30°C,
  vorzugsweise
  - Raumtemperatur bei etwa 20 bis 25°C, vermischt wird.
  - [0006] Dabei weist das erhaltene Endprodukt vorzugsweise eine Viskosität zwischen 5000 und 30 000, insbesondere 7 500 und 25 000, besonders bevorzugt etwa 10 000 bis 20 000 mPa.s, gemessen bei 20°C im Brookfield-Viskosimeter RVT, auf.
- [0007] Der Anteil der Ölphase in der Gesamtemulsion liegt dabei vorzugsweise bei etwa 5 bis etwa 40, vorzugsweise 10 bis 30 Gew.-% der Gesamtemulsion.
  - [0008] Die Wasser-in Öl-Emulsion kann auch noch etwa 0 bis 20 Gew.-% eines Öls enthalten.
  - [0009] Als Ölkörper in der Ölphase werden vorzugsweise die üblichen kosmetischen Öle und Fette, beispielsweise natürliche Öle wie Avocadoöl, Cocosöl, Palmöl, Sesamöl, Erdnußöl, Spermöl, Sonnenblumenöl, Mandelöl, Pfirsich-
- 6 kemől, Weizenkeimől, Macadamianußől, Nachtkerzenől, Jojobaől, Ricinusől, oder auch Oliven- bzw. Sojaől, Lanolin und dessen Derivate, ebenso Mineralőle wie Paraffinől und Vaseline eingesetzt.
  - Synthetische Öle und Wachse sind beispielsweise Silikonöle, Polyethylenglykole, etc. Weitere geeignete hydrophobe Komponenten sind insbesondere Fettsäureester wie Isopropylmyristat, -palmitat, -stearat und -isostearat, Oleyloleat, Isocetylstearat, Hexyllaurat, Dibutyladipat, Dioctyladipat, Myristylmyristat, Oleylerucat, Cetylpalmitat, Polyethylengly-kol- und Polyglycerylfettsäureester wie PEG-7-glycerylcocoat, etc.
  - [0010] Geeignete nichtionische Emulgatoren sind insbesondere die verschiedenen C<sub>10</sub>-C<sub>22</sub>-Fettalkoholethoxylate wie Lauryl-, Myristyl-, Cetyl-, Oleyl-, Tridecyl-, Isotridecyl-, Cocosfett- und Talgfettalkoholethoxylate, etc; jedoch können auch weitere an sich bekannte nichtionische öllösliche Emulgatoren verwendet werden.
- [0011] Die Zahl der Ethylenoxid-Moleküle pro Mol Fettalkohol liegt im Durchschnitt zwischen etwa 2 und 15, vorzugsweise etwa 4 bis 10.
- [0012] Weitere geeignete nichtionische Emulgatoren sind C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub>-Alkylpolyglucoside mit einem Kondensationsgrad von vorzugsweise 1,1 bis 3, insbesondere 1,2 bis 2,5, die für sich seit langem bekannt sind.
- Auch weitere nichtionische Tenside, beispielsweise Aminoxide wie Lauryldimethylaminoxid, z.B. vom Typ "Ammonyx<sup>R</sup>", "Aromax<sup>R</sup>" oder "Genaminox<sup>R</sup>" sind für diesen Zweck geeignet.
- 45 [0013] Geeignete nichtionische Emulgatoren für W/O-Emulsionen, deren Menge vorzugsweise bei etwa 15 bis 40, insbesondere etwa 20 bis 35 Gew.-%, berechnet aufdie W/O-Emulsion beträgt, sind aus dem einschlägigen Stand der Technik, beispielsweise der Standardmonographie von K. Schrader, Grundlagen und Rezepturen der Kosmetika, 2. Aufl., S. 387-525 (1989), bekannt.
- [0014] Der erfindungsgemäß in einer Menge von 10 bis 50 Gew.-%, vorzugsweise etwa 15 bis 4,5, insbesondere etwa 20 bis 40 Gew.-%, berechnet aufdie W/O-Emulsion, eingesetzte Co-Emulgator, der auch verdickend und konsistenzregulierend wirkt, ist ausgewählt aus der Gruppe C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub>-Fettalkohole, C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>-Fettsäuremonoalkanolaznide und/oder C<sub>10</sub>-C<sub>22</sub>-Fettsäureestern mehrwertiger Alkohole.
  - [0015] Besonders bevorzugt sind hierbei von den Fettalkoholen Cocosfettalkohol, Laurylalkohol, Decylalkohol, Tridecylalkohol, Myristylalkohol, Cetylalkohol, Stearylalkohol und Gemische derselben.
- Bevorzugte C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>-Fettsäurealkanolamide sind Cocamide MEA, Cocamide DEA, Cocamide MIPA, Lauramide MEA, Lauramide DEA, Oleamide MEA, Oleamide DEA, Stearamide MEA, Stearamide DEA und Stearamide MIPA.

  Geeignete C<sub>10</sub>-C<sub>22</sub>-Fettsäureester mehrwertiger Alkohole sind insbesondere die Ethylenglykol-, Propylenglykol-, Polyethylenglykol-, Glycerin- und Sorbitanester von Laurinsäure, Cocosfettsäure, Myristinsäure oder Stearinsäure und

Mischester derselben wie beispielsweise Polyethylenglykol (PEG-)-glycerylfettsäureester.

[0016] Diese Komponenten sind ebenfalls bekannt und bei Schrader, I.c., beschrieben.

[0017] Die W/O-Emulsion enthält als essentiellen Bestandteil schließlich noch Ölsäure, vorzugsweise in einer Menge von 5 bis 40, vorzugsweise etwa 10 bis 30, insbesondere etwa 15 bis 25 Gew.-% der Emulsion.

[0018] Ein weiterer bevorzugter Bestandteil in den W/O-Emulsionen ist Oleyalkohol, vorzugsweise in einer Menge von etwa 5 bis 15 Gew.-%, entweder als zusätzlicher Bestandteil oder auch als Fettalkohol-Bestandteil des Co-Emulators.

[0019] Dieser Bestandteil dient insbesondere zur Verbesserung des ästhetischen Aussehens der Gesamtemulsion.

10 [0020] Der Wassergehalt der Wasser-in-Öl-Emulsion beträgt maximal 20 Gew.-% derselben.

[0021] Die Herstellung der W/O-Emulsion erfolgt zweckmäßigerweise durch Schmelzen der Fettphase-Komponenten bei etwa 50 bis etwa 80°C, Zugabe von Wasser und Abkühlen auf etwa 15 bis 30°C unter starkem Rühren.

[0022] Als wasserlösliche Tenside in der Wasserphase der als Endprodukt durch Vermischen der W/O-Emulsion mit der Wasserphase hergestellten Öl-im-Wasser-Emulsion werden anionische, amphotere bzw. zwitterionische und/oder kationische sowie gegebenenfalls auch spezielle nichtionische Tenside eingesetzt. Sie sind in einer Menge von etwa 0,25 bis etwa 5 Gew.-%, vorzugsweise etwa 0,4 bis 2,5 Gew.-% der (liesamtzusammensetzung, berechnet aufdie einsatzfertige Öl-in-Wasser- Emulsion, enthalten.

[0023] Geeignete anionische Tenside sind solche vom Sulfat-, Sulfonat-, Carboxylat- und Alkylphosphat-Typ, vor allem natürlich diejenigen, die in Haarbehandlungsmitteln üblicherweise zum Einsatz gelangen, insbesondere die bekannten C<sub>10</sub>-C<sub>18</sub>-Alkylsulfate und die entsprechenden Ethersulfate, beispielsweise C<sub>12</sub>-C<sub>14</sub>-Alkylethersulfat, Laurylethersulfat, insbesondere mit 1 bis 4 Ethylenoxidgruppen im Molekül, Acylaminocarbonsäuren wie Lauroylsarkosinat und -glutamat, weiterhin Monoglycerid(ether)sulfate, Fettsäureamidsulfate, die durch Ethoxylierung und anschließende Sulfatierung von Fettsäurealkanolamiden erhalten werden, und deren Alkalisalze, sowie Salze langkettiger Mono- und Dialkylphosphate, die milde, hautverträgliche Detergentien darstellen.

[0024] Im Rahmen der Erfindung weiterhin geeignete anionische Tenside sind  $\alpha$ -Olefinsulfonate bzw. deren Salze und Alkalisalze von Sulfobernsteinsäurehalbestern, beispielsweise das Dinatriumsalz des Monooctylsulfosuccinats, und Alkalisalze langkettiger Monoalkylethoxysulfosuccinate.

Geeignete Tenside vom Carboxylat-Typ sind Alkylpolyethercarbonsäuren und deren Salze der Formel

worin R eine C<sub>8</sub>-C<sub>20</sub>-Alkylgruppe, vorzugsweise eine C<sub>12</sub>-C<sub>14</sub>-Alkylgruppe, n eine Zahl von 1 bis 20, vorzugsweise 2 bis 17, und X H oder vorzugsweise ein Kation der Gruppe Natrium, Kalium, Magnesium und Ammonium, das gegebenenfalls hydroxyalkylsubstituiert sein kann, bedeuten, sowie Alkylamidopolyethercarbonsäuren der allgemeinen Formel

worin R und X die vorstehend angegebene Bedeutung haben und n insbesondere für eine Zahl von 1 bis 10, vorzugsweise 2,5 bis 5, steht.

Derartige Produkte sind seit längerem bekannt und im Handel, beispielsweise unter den Handelsnamen "AKYPO®" und "AKYPO-SOFT®".

[0025] Auch C<sub>8</sub>-C<sub>20</sub>-Acylisethionate k\u00f6nnen, allein oder im Gemisch mit anderen Tensiden, eingesetzt werden, ebenso Sulfofetts\u00e4uren und deren Ester.

[0026] Es können auch amphotere bzw. zwitterionische Tenside als wasserlösliche Emulgatoren verwendet werden, insbesondere auch im Gemisch mit anionaktiven Tensiden.

Als solche sind insbesondere die verschiedenen bekannten Betaine wie Fettsäureamidoalkylbetaine und Sulfobetaine, beispielsweise Laurylhydroxysulfobetain, zu nennen; auch langkettige Alkylaminosäuren wie Cocoaminoacetat, Cocoaminopropionat und Natriumcocoamphopropionat und -acetat haben sich als geeignet erwiesen.

[0027] Im einzelnen können Betaine der Struktur

55

30

35

40

wobei Reine C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub>-Alkylgruppe und n 1 bis 3 bedeuten, Sulfobetaine der Struktur

$$CH_3$$
  $I$   $R-N\Theta-(CH_2)_n-SO_3\Theta$   $I$   $CH_3$ 

20

15

wobei R eine  $C_8$ - $C_{18}$ -Alkylgruppe und n 1 bis 3 bedeuten, und Amidoalkylbetaine der Struktur

25

$$\begin{array}{c} \text{CH}_{3} \\ \text{I} \\ \text{R-C-N-(CH}_{2})_{n} - \text{N} \oplus \_\text{CH}_{2} - \text{COO}^{\Theta} \\ \text{II} \quad \text{I} \\ \text{O} \quad \text{H} \quad \text{CH}_{3} \end{array}$$

30

wobei R eine C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub>-Alkylgruppe und n 1 bis 3 bedeuten, eingesetzt werden.

[0028] Auch die Verwendung geringer Mengen nichtionischer wasserlöslicher Tenside, z.B. von C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub>-Alkylpolyglucosiden mit einem Polymerisationsgrad von 1 bis 5, insbesondere im Gemisch mit anionischen und/oder amphoteren bzw. zwitterionischen oberflächenaktiven Substanzen ist möglich.

[0029] Weitere geeignete Tenside sind auch kationische Tenside wie die bekannten quatemären Ammoniumverbindungen mit einer oder zwei Alkyl- bzw. Alkenylgruppen mit 10 bis 22 Kohlenstoffatomen im Molekül, insbesondere in einer Menge von 0,1 bis 5, vorzugsweise 0,25 bis 5, besonders bevorzugt 0,5 bis 2,5 Gew.-%, der Gesamtzusammensetzung, allein oder vorzugsweise im Gemisch mit amphoteren bzw. zwitterionischen oder gegebenenfalls nichtionischen Tensiden.

[0030] Geeignete langkettige quatemäre Ammoniumverbindungen, die allein oder im Gemisch miteinander eingesetzt werden können, sind insbesondere Cetyltrimethylammoniumchlorid, Dimethyldicetylammoniumchlorid, Trimethylcetylammoniumchlorid, Behenyltrimoniumchlorid, Stearyltrimethylammoniumchlorid, Hydroxyethylhydroxycetyldimoniumchlorid, Dimethylstearylbenzylammoniumchlorid, Benzyltetradecyldimethylammoniumchlorid, Dimethyl-dihydriertes-Talgammoniumchlorid, Laurylpyridiniuinchlorid, Lauryldimethylbenzylammoniumchlorid, Lauryltrimethylammoniumchlorid, Tris(oligooxyethyl)alkylammoniumphosphat, Cetylpyridiniumchlorid, etc. Grundsätzlich sind alle quaternären Ammoniumverbindungen geeignet, die im CTFA International Cosmetic Ingredient Dictionary unter der Bezeichnung "Quaternium" aufgeführt sind.

[0031] Die erfindungsgemäß hergestellte Haarfärbeemulsion enthält mindestens ein Oxidationsfarbstoffvorprodukt, zweckmäßigerweise ein Gemisch aus mindestens einer Entwickler- und mindestens einer Kupplersubstanz.

[0032] Diese sind an sich bekannt und beispielsweise in der Monographie von K. Schrader, Grundlagen und Rezepturen der Kosmetika, 2. Aufl. (1989), S. 784-799, beschrieben.

[0033] Beispielhafte Entwicklersubstanzen sind insbesondere 1,4-Diaminobenzol, 2,5-Diaminotoluol, Tetraaminopyrimidine, Triaminohydroxypyrimidine, 1,2,4-Triaminobenzol, 2-(2,5-Diaminophenyl)ethanol, 2-(2'Hydroxyethylamino)-5-aminotoluol und 1-Amino-4-bis-(2'-hydroxyethyl)-aminobenzol bzw. deren wasserlösliche Salze; beispielhafte Kupplersubstanzen sind Resorcin, 2-Methylresorcin, 4-Chlorresorcin, 2-Amino-4-chlorphenol, 4-(N-methyl)-aminophenol, 2-Aminophenol, 3-Aminophenol, 1-Methyl-2-hydroxy-4-aminobenzol, 3-N,N-Dimethylaminophenol, 4-Amino-3-methyl-

phenol, 5-Amino-2-methylphenol, 6-Amino-3-methylphenol, 3-Amino-2-methylamino-6-methoxypyridin, 2-Amino-3-hydroxypyridin, 4-Aminodiphenylamin, 4,4'-Diaminodophenylamin, 2-Dimethylamino-5-aminopyridin, 2,6-Diaminopyridin, 1,3-Diaminobenzol, 1-Amino-3-(2'-hydroxyethylamino)benzol, 1-Amino-3-[bis(2'-hydroxyethyl)amino]benzol, 1,3-Diaminototuol, α-Naphthol, 1,4-Diamino-2-chlorbenzol, 4,6-Dichlorresorcin, 4-Hydroxy-1,2-methylendioxybenzol, 1,5-Dihydroxynaphthalin, 1,7-Dihydroxynaphthalin, 2,7-Dihydroxynaphthalin, 1-Hydroxy-1,2-methylendioxybenzol, 2,4-Diamino-3-chlorphenol, und/oder 1-Methoxy-2-amino-4-(2'-hydroxyethylamino)-benzol, ohne daß diese beispielhafte Aufzählung Anspruch auf Vollständigkeit erheben könnte.

[0034] Entwickler- und Kupplersubstanzen sind vorzugsweise im Molverhältnis 1:3 bis 5:1, insbesondere etwa 1:1 und etwa 3:1, enthalten; ihr Anteil in der erfindungsgemäß hergestellten Farbemulsion kann jeweils etwa 0,1 bis etwa 5 Gew.-%, je nach gewünschter Färbung, betragen.

[0035] Diese Oxidationsfarbstoffvorprodukte sind zweckmäßigerweise bereits in der wäßrigen Phase enthalten; sie können jedoch auch, falls erwünscht, dem Fertigprodukt zusammen mit der Wasser-in-Öl-Emulsion oder im Anschluß daran zugesetzt werden.

[0036] Die erfindungsgemäß hergestellten Zusammensetzungen können erwünschtenfalls auch sogenannte Nuanceure zur Feineinstellung des gewünschten Farbtones, insbesondere auch direktziehende Farbstoffe, enthalten.

[0037] Solche Nuanceure sind beispielsweise Nitrofarbstoffe wie 2-Amino-4,6-dinitrophenol, 2-Amino-4-nitrophenol, etc., vorzugsweise in Mengen von etwa 0,05 bis 2,5 %, insbesondere 0,1 bis 1 % Gew.-% der Farbzusammensetzung (ohne Oxidationsmittel).

[0038] Die Herstellung der endgültigen Öl-in-Wasser-Emulsion erfolgt durch Einrühren der Wasserin-Öl-Emulsion in die wäßrige Phase bei etwa 15 bis 30°C, insbesondere Raumtemperatur, d.h. bei etwa 20 bis 25°C, bei etwa 5000 bis 15 000, insbesondere 8000 bis 12 000 U/min.

[0039] Die erfindungsgemäßen Haarfärbemittel-Emulsionen können die in solchen Mitteln üblichen Grund- und Zusatzstoffe, Konditioniermittel, Stabilisatoren, Verdickungsmittel, Komplexbildner, etc. enthalten, die dem Fachmann aus dem Stand der Technik bekannt und beispielsweise in der Monographie von K. Schrader, "Grundlagen und Rezepturen der Kosmetika", 2. Aufl. (Hüthig Buch Verlag, Heidelberg, 1989), S. 782 bis 815, beschrieben sind.

[0040] Die erfindungsgemäß hergestellten Färbeemulsionen weisen vorzugsweise einen im alkalischen Bereich liegenden pH-Wert, insbesondere zwischen etwa 8 und etwa 12,5, vorzugsweise zwischen 8,5 und 11, auf, der insbesondere durch Zusatz von Ammoniak eingestellt wird.

[0041] Die Viskosität der gebrauchsfertigen Öl-in-Wasser-Emulsion liegt vorzugsweise bei etwa 5000 bis 30 000, insbesondere etwa 7 500 bis 25 000, vorzugsweise etwa 10 000 bis 20 000 mPa.s, gemessen bei 20°C im Brookfield-Viskosimeter RVT.

[0042] Zur Applikation wird das erfindungsgemäß hergestellte Oxidationsfarbstoff-Vorprodukt mit einem Oxidationsmittel vermischt. Bevorzugtes Oxidationsmittel ist Wasserstofteroxid, beispielsweise in 2- bis 6-prozentiger Konzentration.

[0043] Es könnenjedoch auch andere Peroxide wie Harnstofferoxid und Melaminperoxid eingesetzt werden.

[0044] Der pH-Wert des applikationsfertigen Haarfarbemitteln, d.h. nach Vermischung mit Peroxid, kann sowohl im schwach sauren, d.h. einem Bereich von 5,5 bis 6,9, im neutralen als auch im alkalischen Bereich, d.h. zwischen pH 7,1 und 10 liegen.

[0045] Im folgenden werden zwei Ausführungsbeispiele zur Erläuterung der Erfindung gegeben

40 [0046] Es wurden, durch Vermischen der Fettphasenkomponenten bei etwa 60°C und nachfolgende Zugabe von Wasser unter starkem Rühren und Abkühlung aufetwa 25°C, zunächst die folgenden Wasser-in-Öl-Emulsionen hergestellt.

50

55

Zusammensetzungen	Nr. 1	Nr. 2	Nr. 3	Nr. 4
Cetearylalkohol	32	-	-	32
Stearinsäuremonoethanolamid	•	32	-	-
Ethandioldistearat	-	-	32	•
Ölsäure	16	16	16	16
Oleth-5	32	22	32	•
Oleylalkohol	10	10	10	10
Laureth-12	•	10	-	•
Laurylpolyglucosid (P.D.~1,5)	•	-	•	22

#### (fortgesetzt)

Zusammense	etzungen	Nr. 1	Nr. 2	Nr. 3	Nr. 4
Wasser	ad	100	100	100	100 Gew%

[0047] 30 Gew.-% der jeweiligen Wasser-in-Öl-Emulsion Nr. 1,2,3 oder 4 wurden unter Rühren bei 9000 U/min bei 20 bis 25°C in zwei unterschiedliche wäßrige Tensidzusammensetzungen eingebracht:

Zusammensetzung	Nr. i	Nr. 11
W/O-Emulsionen nach den Beispielen 1,2,3 oder 4	30	30
Hydroxycetylhydroxyethyldimoniumchlorid	0,5	•
Natriumlaurylsulfat		0,5
Ammoniak ad pH	8,5	10,5
Wasser ad	100,0	100,0 Gew%

[0048] Viskosität: Etwa 15 000 bis 20 000 mPa.s, gemessen im Brookfield-Viskosimeter RVT bei 20°C. Die erhaltenen Emulsionen sind lagerstabil und können unter Zusatz von wäßrigen Oxidationsfarbstoff-Vorprodukt-Zusammensetzungen, die gegebenenfalls weitere Zusatzstoffe enthalten, zu mit Peroxiden mischbaren Haarfärbeemulsionen konfektioniert werden.

#### Patentansprüche

10

15

20

25

30

35

- 1. Verfahren zur Herstellung von stabilen w\u00e4\u00e4rigen Haarf\u00e4rbeemulsionen, enthaltend mindestens ein Oxidationsfarbstoff-Vorprodukt, dadurch gekennzeichnet, da\u00e4 eine Wasserin-\u00f6l-Emulsion (A), enthaltend a) 10 bis 50 Gew.-% mindestens eines nichtionischen Emulgators, b) 10 bis 50 Gew.-% mindestens eines nichtionischen Co-Emulgators, ausgew\u00e4hlt aus der Gruppe C<sub>10</sub>-C<sub>22</sub>-Fettalkohole, C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>-Fetts\u00e4uremono- und dialkanolamide und/oder C<sub>10</sub>-C<sub>22</sub>-Fetts\u00e4ureestem mit mehrwertigen Alkoholen, c) 5 bis 40 Gew.-% \u00dc\u00e4lsauree, und d) bis zu 25 Gew.-% Wasser, jeweils berechnet auf die Gesamtzusammensetzung der W/O-Emulsion, mit einer w\u00e4\u00e4\u00e4rgen Phase (B), die mindestens ein wasserl\u00f6sliches Tensid enth\u00e4lt, bei 15 bis 30°C unter Scherkraft gemischt wird.
- Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Oxidationsfarbstoffvorprodukt in der wäßrigen Phase (B) enthalten ist.
- Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Oxidationsfarbstoffvorprodukt der nach dem Vermischen der W/O-Emulsion (A) und der wäßrigen Phase (B) erhaltenen Öl-in-Wasser-Emulsion zugesetzt wird.
  - Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die W/O-Emulsion (A) etwa 5 bis 15 Gew.-%, berechnet auf deren Zusammensetzung, Oleylalkohol enthält.
- 45 Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die durch Vermischen der W/O-Emulsion (A) mit der wäßrigen Phase (B) erhaltene Öl-in-Wasser-Emulsion eine pH-Wert von etwa 8 und etwa 12,5 aufweist.
- Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die durch Vermischen
   der W/O-Emulsion (A) mit der wäßrigen Phase (B) erhaltene Öl-in-Wasser-Emulsion eine Viskosität von etwa 5 000 bis 30 000 mPa.s, gemessen im Brookfield-Viskosimeter RVT bei 20°C, aufweist.
  - 7. Haarfärbeemulsion, hergestellt nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6.

55



# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung EP 99 11 8522

	EINSCHLÄGIGI		7	
Kategoria	Kennzeichnung des Dokur der maßgeblich	nents mit Angabe, soweit erforderlich, en Telle	Betrifft Anapruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.CL7)
A	DE 41 03 292 A (GOL 3. September 1992 ( * Anspruch 1 * * Beispiel 4 *		1,2	A61K7/00 A61K7/13
A	DE 38 34 142 A (WEL 12. April 1990 (199 * Anspruch 1 * * Beispiel 1 *		1,2	
A	DE 42 19 981 A (GOL 23. Dezember 1993 ( * Anspruch 1 * * Beispiel 1 *		1,2	
A	EP 0 227 430 A (KOF 1. Juli 1987 (1987- * Ansprüche 1,2,6,1 * Seite 3, Zeile 13 * Seite 4, Zeile 45	2,13 * -16 *	1,5	
	. 00100 4, 20110 40	<del></del>		RECHERCHERTE SACHGEBIETE (Int.CL7)
		·		A61K
Der vo	rilegende Recherchenbericht wu	rde für alle Patentansprüche ersteilt		
	Pecherchenort DEN HAAG	Abechlußdetum der Recherche 21. Februar 2000	Pee	ters, J
X : von Y : von and A : tech O : nich	ATEGORIE DER GENANNTEN DON besonderer Bedeutung allein betrach besonderer Bedeutung in Verbindun eren Vertiffentlichung derselben Kate mologischer Hintergrund trachmitliche Offenbarung scheriliteratur	E : âtteres Patentid nach dem Anm g mit einer D : in der Anmedu gorte L : aue anderen Gr	ugrunde liegende okument, das jede sidedatum veröffe ng angeführtes Do Onden angeführte	Theorien oder Grundeätze ich erst am oder ntlicht worden ist skument

# ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.

EP 99 11 8522

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

21-02-2000

-08-199 -12-199 -06-198 -08-199 -07-198 -09-199
-1  -0  -0  -0

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsbiatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82

**EPO FORM PO461**